

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-065604

(43)Date of publication of application : 24.03.1988

---

(51)Int.Cl.

H01F 10/14  
C22C 38/00

---

(21)Application number : 61- 207871 (71)Applicant : HITACHI LTD

(22)Date of filing : 05.09.1986 (72)Inventor : KOBAYASHI TOSHIO  
OTOMO MOICHI  
NAKATANI RYOICHI  
KUMASAKA  
TAKAYUKI

---

## (54) IRON MAGNETIC FILM

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain a magnetic film having a high saturation magnetic flux density and showing a high relative permeability by a method wherein an element, which penetrates into Fe to form a solid solution, is added to a magnetic film consisting of Fe as a main component and having a high saturation magnetic flux density.

**CONSTITUTION:** An element which penetrates into Fe to form a solid solution is added to Fe or a magnetic film having Fe as a main component. It is desirable that one or more kinds of elements selected from B, N, C and P which penetrate into Fe to form solid solution are used as the elements to be added to the magnetic film, and the percentage of content of said elements to be added is 5W20 at.%. Also, an iron magnetic film, which is constituted by adding an element which penetrates into Fe to form a solid solution to the Fe or the magnetic film having Fe as a main composition, is used as a main magnetic film, and the relative permeability can be sharply increased by forming said magnetic film into a multilayered structure through an intermediate layer. The coercive force of the magnetic film, having iron as the main component, can be lowered while a highly saturated magnetic flux density is maintained and the relative permeability can be increased by making the magnetic film, having iron as a main component, contain an

amorphous part.

---

#### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑫ 公開特許公報 (A)

昭63-65604

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和63年(1988) 3月24日

① Int. Cl.<sup>4</sup>  
H 01 F 10/14  
C 22 C 38/00

7354-5E  
S-7147-4K

審査請求 未請求 発明の数 2 (全5頁)

⑭ 発明の名称 鉄系磁性体膜

⑮ 特 願 昭61-207871

⑯ 出 願 昭61(1986) 9月5日

⑰ 発明者	小林 俊雄	東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地	株式会社日立製
⑱ 発明者	大友 茂一	作所中央研究所内	株式会社日立製
⑲ 発明者	中谷 亮一	東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地	株式会社日立製
⑳ 発明者	熊坂 登行	作所中央研究所内	株式会社日立製
㉑ 出 願 人	株式会社日立製作所	東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地	株式会社日立製
㉒ 代理人	井理士 小川 勝男	作所中央研究所内	
		東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地	
		外1名	

明 細 書

1. 発明の名称  
鉄系磁性体膜

2. 特許請求の範囲

1. Fe又はFeを主成分とする磁性体膜にFeに侵入型で固溶する元素を添加してなることを特徴とする鉄系磁性体膜。
2. 上記鉄に侵入型で固溶する元素がB, N, C, Pより選ばれる1種以上の元素であり、その含有量が5~20at%であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の鉄系磁性体膜。
3. Fe又はFeを主成分とする磁性体膜にFeに侵入型で固溶する元素を添加してなる鉄系磁性体膜を主磁性体膜とし、これを中間層を介して多層化したことを特徴とする鉄系磁性体膜。
4. 上記中間層がNi-Fe合金もしくは非晶質磁性合金であることを特徴とする特許請求の範囲第3項記載の鉄系磁性体膜。

3. 発明の詳細な説明  
〔産業上の利用分野〕

本発明は磁気ヘッドを構成する磁極の材料に係り、更に詳しくは高密度磁気記録に好適で、優れた性能を有する磁気ヘッド用磁極の磁性体膜に関する。

〔従来の技術〕

従来、磁気記録用磁気ヘッドを構成する磁極の磁性体としてはFe, Co, Niを主成分とする合金が使用され、飽和磁束密度10KG以上、またFe-Si系合金では18KG以上の飽和磁束密度をもち、高密度記録用の磁気ヘッドの磁極材料として開発が進められている(特開昭59-182938号)。高密度記録のためには急峻な分布をなす磁界を得るため、磁気ヘッドの磁極の先端部の厚さは0.5μm以下にする必要がある。この部分では磁束密度が高くなるので、高飽和磁束密度でかつ高透磁率、低保磁力の磁性体膜が必要になる。さらにこの部分の膜厚は薄いため、磁気飽和を生ずるので、0.5μm以下の膜厚のためには15KG以上の高飽和磁束密度と1000以上の高比透磁率、10e以下の低保磁力が必要

とされる。

従来、磁性体膜は高周波スバタンゲン法等で形成され、磁性体膜の磁性特性は  $\text{Fe}$  を主成分とした材料を用いている場合は  $15\text{KG}$  以上の高飽和磁束密度を有していた。しかし、その比透磁率は  $700$  以下と低い値を示しており、高飽和磁束密度、高比透磁率の両特性を兼ね備えた磁性体膜を形成することは極めて困難であった。

一方、このような高飽和磁束密度、高比透磁率を目的とした磁性体膜として近年磁性体膜を中間層を介して積層した多層磁性体膜が研究され始めた（特開昭  $59-9905$ ）。このような多層磁性体膜では主磁性体の間に挿入する中間層の材質によってその磁性特性が変化し、一般的には高透磁率の磁性材料を中間層として用いることが好ましい。

〔発明が解決しようとする問題点〕

従来技術においては高周波スバタンゲン法等で磁気ヘッド用磁極の磁性体膜が形成されており、この方法で形成した磁性体膜はかなり飽和磁束密

度の高いものが得られるが、比透磁率が低い値を示すので、高飽和磁束密度の磁気ヘッドとしては使用できないという問題があった。

本発明の目的は上述した従来技術の問題点を解消し、高飽和磁束密度をもち、かつ高比透磁率を示す磁性体膜を提供するものであり、さらに高保磁力の高飽和磁束密度磁気記録用の媒体に対して優れた記録再生特性を示す適度な磁性体膜およびこれをいれた薄膜磁気ヘッドを提供することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明は  $\text{Fe}$  を主成分とする高飽和磁束密度を有する磁性体膜が  $\text{Fe}$  に侵入型で固着する元素を添加することによってその結晶粒の一部を非晶質化し、この結果結果的に磁性エネルギを減少させることによつて保磁力の減少、さらに比透磁率の増加を行なわしめ、 $15\text{KG}$  以上の飽和磁束密度、 $1000$  以上の比透磁率を得ることを骨子とするものである。

本発明の磁性体膜に添加する元素としては、

$\text{Fe}$  に侵入型で固着する  $\text{B}$ 、 $\text{N}$ 、 $\text{C}$ 、 $\text{P}$  より選ばれる 1 種類以上の元素を用いることが望ましい。また、この磁性体膜を高透磁率材料である  $\text{Ni-Fe}$  合金や非晶質磁性合金を挿入して多層化することによりさらに比透磁率を大幅に増加させることが可能になる。

〔作用〕

本発明者らは従来の磁性体膜を詳細に検討してきたが、鉄を主成分とする飽和磁束密度の高い磁性体膜も保磁力の減少、耐蝕性の向上を図るために、第 2 もしくは第 3 の元素を添加すると、磁気モメントが吸収されて飽和磁束密度の減少が生じることが明らかになった。さらに、これらの磁性体膜の膜構造を X 線回折法や透過電子顕微鏡によって詳細に調べた結果、これらの磁性膜は強い  $\text{Fe}$  の  $(110)$  回折 X 線ビームが主回折ビームとして現われ、その透過電子顕微鏡は  $300 \sim 500 \text{\AA}$  の径の柱状結晶粒からなる薄膜であることが確認された。これらに対し、本発明者らはこの検討の中で、 $\text{Fe}$  に侵入型で固着する元素を添加

した鉄を主成分とする磁性体膜は飽和磁束密度を下げることなく、保磁力を減少させ、これに伴つて比透磁率を増加できるとに気がついた。これらの磁性体膜を X 線回折法や透過電子顕微鏡によつて観察した結果、上述した従来の鉄もしくは鉄を主成分とする磁性膜と異なる膜構造になっていることを発見した。すなわち、これらの磁性体膜の X 線回折ビームは極めてブロードになり、従来の磁性体膜に比べて非晶質に近いことが明らかになった。さらにこの膜を透過電子顕微鏡によつて観察すると、従来の磁粒内には至に基づくモアレ像が多数観察されることわかった。したがって、この時の結晶粒径を測定することは極めて困難であるが、わずかに異なる粒界のコントラストから粒径を測定すると、ほぼ従来の磁性膜と同様  $300 \sim 500 \text{\AA}$  になっていることがわかった。

この結果から、本発明者らは鉄を主成分とする磁性体膜が非晶質部を含有することにより、高飽和磁束密度を保ちつつその保磁力を下げ、比透磁率

を増加させること、さらにこのためには鉄に侵入型で固着する元素を添加することによってなされることを見出した。ここで、非晶質部を含有することによって保磁力が下がり、比透磁率が増加する理由は明確ではないが、本発明者らは非晶質化するることにより、結晶磁気異方性エネルギーが減少したことから、推察している。また、高飽和磁束密度が保たれる理由も明らかではないが、Feの格子中に侵入型で他の元素が固着する場合、Feの磁気モーメントが他の元素によって希釈されることのないものと推察される。

#### 【実施例 1】

以下、本発明を実施例により詳しく説明する。

#### (実施例 1)

鉄を主成分とする磁性体膜の形成はイオンビームスパッタリング法によって行なった。本実施例で使用したイオンビームスパッタリング装置はデュアルイオンビーム装置であり、イオンガスが2台あり、片方でターゲットのスパッタリングを行ない、スパッタ粒子を基板に被着させる。また、

片方のイオンガンは基板を直接イオン照射することができ、通常低加速エネルギー(500V以下)のイオンを基板に当てて、被着膜の膜構造を制御することができる。

高飽和磁束密度、高比透磁率、低保磁力をもつ磁性体膜を形成するためのスパッタリング条件は検討の結果、以下の条件であった。

第1イオンガン加速電圧	.....1000-1400 V
第1イオンガンイオン電流	..... 100-120 mA
第2イオンガン加速電圧	..... 200-400 V
第2イオンガンイオン電流	..... 30-60 mA
AF圧力	..... $2 \sim 2.5 \times 10^{-2}$ Pa
基板表面温度	.....50-100°C
基板回転数	.....20-60 RPM

以上の条件でFeターゲット表面に第1表に示す各種材料を固定した複数ターゲットを用いて、ガラス基板上にFeを主成分とする各種磁性体膜を形成した。この結果得られた各種磁性体膜に含まれる元素の含有量はブラズマ発光分光法(溶液法)およびオージェ電子分光法によって計測した。ま

た、これらの磁性体膜の磁気特性は300°Cで熱処理を行なった後、飽和磁束密度を振動試料磁束計、比透磁率をベクトルインピンダーシステムター、保磁力をB-Hヒステリサーによって測定した。

以上の測定で得られた結果を第1表に示す。また、第1図にはBを添加した場合の飽和磁束密度および比透磁率の変化を示す。第1図から明らかのように、比透磁率はBの含有量が増大するにしたがって増加する傾向を示し、比透磁率が500以上の値を示すB含有量は5at%以上である。また、飽和磁束密度はB含有量が増加するにしたがって減少する傾向を示し、20KG以上の飽和磁束密度を示すB含有量は20at%以下である。すなわち、好ましいB含有量は5-20at%であった。

得られたFe-B系磁性体膜をX線回折法で観測した結果、Feの(110)回折ピークがBの含有量が増加するにしたがって小さくなり、かつブロードになった。B含有量が10at%ではほと

んどピークが消滅し、X線的には非晶質状態にあることを示した。また、この膜の断面を透過電子顕微鏡によって観察した結果、個々の結晶粒の粒界が明確に観察されず、歪によるモアレのみが見られる非晶質に近い磁性体膜になっていることが明らかにになった。

さらに、添加物をBの代わりに他の鉄に侵入型で固着する元素に代えた場合も、飽和磁束密度、比透磁率ともに、含有量が5-20at%の範囲で良好な値を示すことがわかった。なお、第1表の添加物はイオンビームスパッタリングにおいてFeターゲット上に固定した材料を示しており、形成された膜中に化合物の形で含まれているわけではない。また、この結果はFeに侵入型で固着する元素を1種類のみならず2種類以上添加しても良いことを示すものである。

#### (実施例 2)

回転式ターゲットホルダーを有するイオンビームスパッタリング装置のターゲットホルダーの片側に実施例1で用いた鉄系磁性体膜用のターゲッ

表 1 組成

No	添加物	成分	BN			B, C			BP		
			B 7	N 5	B 6	N 6	B 5	C 2	B 5	C 1	B 8
	添加物	成分	21.6	20.7	20.5	21.3	21.0	20.4	21.4	20.7	20.6
	添加物	成分	670	690	820	550	680	850	720	940	970
	添加物	成分	4.8	4.5	3.8	4.6	4.5	4.2	4.2	3.3	3.5

表 2 組成

No	主成分	成分	Fe-8at%B			Fe-12at%B			Fe-8at%P			Fe-12at%P			Fe-8at%B		
			Ni-19wt%Fe	Co-7wt%Zr	Ni-19wt%Fe	Ni-19wt%Fe	Co-7wt%Zr	Ni-19wt%Fe	Ni-19wt%Fe	Co-7wt%Zr	Ni-19wt%Fe	Ni-19wt%Fe	Co-7wt%Zr	Ni-19wt%Fe	Ni-19wt%Fe	Co-7wt%Zr	Ni-19wt%Fe
1	主成分	成分	2300	2100	2100	2100	2100	2100	2300	2100	2100	2300	2100	2100	2300	2100	2100
2	主成分	成分	1.6	1.8	1.4	1.5	1.3	1.3	1.9	2.3	2.4	2.2	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3
3	主成分	成分	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4
4	主成分	成分	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
5	主成分	成分	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600
6	主成分	成分	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9
7	主成分	成分	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3
8	主成分	成分	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4
9	主成分	成分	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2
10	主成分	成分	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3
11	主成分	成分	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9
12	主成分	成分	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5

表 1 組成

No	成分	成分	Fe-8at%B			Fe-12at%B			Fe-8at%P			Fe-12at%P			Fe-8at%B		
			Ni-19wt%Fe	Co-7wt%Zr	Ni-19wt%Fe	Ni-19wt%Fe	Co-7wt%Zr	Ni-19wt%Fe	Ni-19wt%Fe	Co-7wt%Zr	Ni-19wt%Fe	Ni-19wt%Fe	Co-7wt%Zr	Ni-19wt%Fe	Ni-19wt%Fe	Co-7wt%Zr	Ni-19wt%Fe
1	成分	成分	2300	2100	2100	2100	2100	2100	2300	2100	2100	2300	2100	2100	2300	2100	2100
2	成分	成分	1.6	1.8	1.4	1.5	1.3	1.3	1.9	2.3	2.4	2.2	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3
3	成分	成分	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4
4	成分	成分	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
5	成分	成分	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600	2600
6	成分	成分	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9
7	成分	成分	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3
8	成分	成分	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4
9	成分	成分	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2
10	成分	成分	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3
11	成分	成分	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9
12	成分	成分	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5

を明らかにすることができた。

上述の単層もしくは多層磁性体膜を垂直および面内磁気記録用磁気ヘッドの磁極に用いた結果、従来の磁気記録密度の80KBP I (キロビット/インチ)を上まわる100KBP I以上の記録密度を得ることができた。

【発明の効果】

以上説明したごとく、本発明による鉄系磁性体膜は高飽和磁束密度(19KG以上)を有し、比透磁率が単層の場合500以上、多層の場合1500以上と高い値を示す。したがって、この磁性体膜を磁気記録用の磁気ヘッドの磁極として用いた場合には、0.2μm程度の薄膜にしても磁気飽和を起すことができ、磁極の先端に強い磁界を発生させることができ、超高密度磁気記録を達成することができる。

以上の効果が生ずる理由はまだ明確になっていないが、鉄に侵入型で固溶する元素がFe中にあるのもFeの磁気モーメントを希釈せず、結晶粒の成長を防止し、非晶質部を生じさせるという特

膜厚 (Å)	13		14		15		16		17		18		19		20	
	Ni-10at%Fe	Co-7at%Zr	Ni-19at%Fe	Co-7at%Zr	Ni-19at%Fe	Co-7at%Zr	Ni-19at%Fe	Co-7at%Zr	Ni-19at%Fe	Co-7at%Zr	Ni-19at%Fe	Co-7at%Zr	Ni-19at%Fe	Co-7at%Zr	Ni-19at%Fe	Co-7at%Zr
透磁率	19.8	19.2	20.2	20.5	21.1	20.7	20.9	20.4	21.00	21.00	2.1	2.2	2.6	2.7	2.9	2.1
比透磁率	2400	2100	1900	1600	1800	1700	2400	2100	2400	2100	2.1	2.2	2.6	2.7	2.9	2.1

有の性質を有するたためではないかと推察される。  
この結果が比透磁率の増加を生ずるものと思われる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例で得られた鉄系磁性体膜の飽和磁束密度および比透磁率を与えるB含有量の影響を示す図である。

代理人 井理士 小川勝男

